

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-69555

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

B 05 B 5/02  
B 05 D 1/04

識別記号

庁内整理番号

A-7639-4F  
Z-6122-4F

⑭ 公開 昭和63年(1988)3月29日

審査請求 未請求 発明の数 2 (全10頁)

⑮ 発明の名称 静電噴霧コーティングヘッドおよびそれを用いたコーティング方法

⑯ 特 願 昭62-214943

⑰ 出 願 昭62(1987)8月28日

優先権主張

⑱ 1986年8月29日 ⑲ 米国(US) ⑳ 902218

㉑ 発 明 者

アルバート エドワー  
ド シーバー

アメリカ合衆国ミネソタ州セント ポール, 3エム セン  
ター (番地なし)

㉒ 発 明 者

キャリイ ジョン エ  
ックハート

アメリカ合衆国ミシガン州セント ポール, 3エム セン  
ター (番地なし)

㉓ 出 願 人

ミネソタ マイニング  
アンド マニユファ  
クチュアリング カン  
パニー

アメリカ合衆国ミネソタ州セント ポール, 3エム セン  
ター (番地なし)

㉔ 代 理 人

弁理士 浅村 皓 外3名

## 明 細 書

### 1 発明の名称

静電噴霧コーティングヘッドおよびそれを用い  
たコーティング方法

### 2 特許請求の範囲

(1) それぞれ少なくとも半導電性である、毛管針  
および包囲面を備えそれらの間にポテンシャルが  
加えられ針状オリフィスにおける液体の霧化を生  
ずる微粒子放出用静電噴霧ヘッドであつて、導体  
板(21)が少なくとも二つの列に配列された多  
数の毛管針(11)をその先端を同じ平面内に支  
持し、多数の円形孔(13)を有する導電体抽出  
板(14)が各孔(13)を前記針の一つに対し  
て同軸に設け抽出板(14)が前記導体板(21)  
から一定距離に離されて針(11)からの均一な  
流体の霧の放出を生じ、前記毛管針(11)と連  
通するマニホールド装置(15)が液体を前記毛管  
針(11)の列に供給し、電気装置(V<sub>1</sub>)が電  
気ポテンシャルを各前記毛管針(11)と前記抽  
出板(14)との間に発生して薄いコーティング

をウエブに施すことを特徴とする静電噴霧コーテ  
ィングヘッド。

(2) 前記多数の毛管針(11)が二つの平行な列  
に配置された20本以上の針を有しそれらの針  
(11)が列の横方向に間隔をおいて錯綜してい  
ることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載  
の静電噴霧コーティングヘッド。

(3) 絶縁層(64, 66)が抽出板(14)上の  
その平面上に設けられ粒子が抽出板(14)上に  
集まることを阻止することを特徴とする特許請求  
の範囲第1項に記載の静電噴霧コーティングヘッ  
ド。

(4) 前記絶縁層(64, 66)が絶縁性感圧接着  
テープであることを特徴とする特許請求の範囲第  
3項に記載の静電噴霧コーティングヘッド。

(5) 前記絶縁層(64, 66)が絶縁性プラスチ  
ックシート材料の薄いシートであることを特徴と  
する特許請求の範囲第3項に記載の静電噴霧コー  
ティングヘッド。

(6) 前記針が絶縁性被覆によつてコーティングさ

れていることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の静電噴霧コーティングヘッド。

(7) コーティング材料を毛管針に給送する工程と、針と周りの抽出板との間に静電気力を加えて粒子の噴霧を生ずる工程とを含むコーティング材料の粒子によつて表面をコーティングして薄いコーティングを形成する方法であつて、ウェブがコーティングされ、そのウェブが小さい粒子によりその表面を湿らすようにするのに十分なエネルギーを有し少なくとも二列の多数の針がウェブの横方向に配置されまたその方法が十分な表面エネルギーを有する前記ウェブを毛管針の前記列の横方向に前進する工程、前記針と前記ウェブ表面との間に第2の電気ポテンシャルを発生して材料の荷電粒子を前記表面に引付ける工程、および前記基層の前記表面を放電する工程を含むことを特徴とするコーティング材料の粒子によつて表面をコーティングする方法。

(8) 前記方法が前記材料を前記針に針1本当たり70から11000  $\mu\text{L/hr}$ の容積で給送して

04 前記荷電工程が基層を地面に接続する工程を有する特許請求の範囲第9項に記載の方法。

05 前記方法が前記基層を大気圧の空気の存在する場所に置く工程を有することを特徴とする特許請求の範囲第9項に記載の方法。

06 前記方法が前記基層を空気以外のガスの雰囲気中に置く工程を有することを特徴とする特許請求の範囲第9項に記載の方法。

### 3. 発明の詳細な説明

#### 〔産業上の利用分野〕

本発明は連続した基層にコーティングする装置および一つの特徴として基層にコーティング材料を静電噴霧する装置および方法に関するものである。

#### 〔従来の技術〕

多数の基層被覆方法が現在利用可能である。ロール被覆、ナイフ被覆等のような機械的塗布は容易でありかつそれ自体安価である。しかしながら、これらの方法は通常5ミクロン( $\mu\text{m}$ )以上の厚いコーティングを生じ、処理すべき溶剤が残りか

5000 Åより厚さが薄い材料のコーティングを生ずる工程を有することを特徴とする特許請求の範囲第7項に記載の方法。

(9) 前記方法が前記ウェブに静電界を発生する工程を有し、前記前進工程がウェブを前記基層の通路に対して錯綜しかつ離れた少なくとも二列の毛管針を通過させることを有することを特徴とする特許請求の範囲第7項または第8項に記載の方法。

04 前記コーティング材料がオリゴマまたはモノマの一つであることを特徴とする特許請求の範囲第9項に記載の方法。

01 前記方法がコーティングを焼成することを有することを特徴とする特許請求の範囲第9項に記載の方法。

02 前記方法が前記基層を荷電する前に前記基層を清掃する工程を有することを特徴とする特許請求の範囲第9項に記載の方法。

03 前記荷電工程がコーティングしようとする基層の表面に電荷を与える工程を有することを特徴とする特許請求の範囲第9項に記載の方法。

つこの処理は大きい乾燥オープンおよび汚染制御装置を必要とし、しかして全工程を高価なそして時間のかかるものとする。これらの方法はきわめて薄い、例えば、500オングストローム( $\text{\AA}$ )以下のコーティングに対してはむしろ不便である。現在の塗装技術によるそのような薄いコーティングはきわめて薄い溶液を要し、したがつてきわめて多量の溶剤を乾燥しなければならない。乾燥された最終的コーティングの均一性および厚さを制御するのは困難である。

物理的蒸着技術は基層上の薄いおよびきわめて薄いコーティングを塗装するのに有用である。これらは付随する連続処理の問題を解決するのに高真空を要し、したがつて資本集約的である。それらはまたスパッタまたは蒸気コーティングすることが出来る材料だけしかコーティングすることができない。

本発明は静電噴霧方法に関するものであるが、多年に亘つて使用されてきた静電的方法とは相違している。例えば、塗装工業および繊維産業にお

いて使用されたそのような方法は、多量の材料が平坦面に塗装され、そのようなコーティングの塗装には粒子の大きさが広い範囲に亘って分布する100ミクロン範囲の大きさの粒子を使用している。しかして均一なコーティングは約200ミクロンの範囲から始まり、それは厚いフィルムコーティング方法である。大量の溶剤が必要であり、これらの溶剤は噴霧器から基層への移動中に蒸発することなく、そこでコーティングは乾燥を必要とするような溶剤で濡れたコーティングとなる。これらの方法によつて非導電性基層をコーティングすることは困難である。これらの静電コーティング方法に対する噴霧ヘッドの設計は通常非毛管的であり、コーティングされる荷電材料が鋭い端部または点から出現して極めて大きい粒子を作るように設計されている。例えば、ランスパークの米国特許第2,893,894号には静電噴霧ガンからペイント等をコーティングする装置が示されている。プロブストの米国特許第3,776,187号には、ナイフエッジ型装置からカーペット裏打材

装およびジェット印刷装置とは異っている。ツエレーは粒子における荷電の研究に対して荷電毛管を使用した〔フィジカル・レビュー、Vol. 3、p. 69 (1914)〕。ダラーの米国特許第1,958,406号では、ダラーが荷電小粒子が「迅速な化学作用のため良い状態にある」粒子を発見したため、小さい荷電粒子が反応材として導管および容器内に噴射された。

ジャーナル・オブ・コロイド・サイエンス誌、Vol. 7、p. 616のボンネグートおよびノイパーの論文には、荷電流体を使用することにより直径1ミクロン以下の粒子を得ることが開示されている。ネワブおよびメーソンは、微細粒子を製造するため荷電金属導管を使用しそれらを液体に収集した〔ジャーナル・オブ・コロイド・サイエンス誌 Vol. 13、p. 179 (1958)〕。クローンの米国特許第3,157,819号には宇宙船用の荷電液体粒子を作る装置が示されている。ファイブアおよびヘンドリックスは、AIAAジャーナル誌 Vol. 6、p. 496 (1968)にお

への静電噴霧が開示されている。

インクジェット印刷機の液体ジェット発生機は静電噴霧の制御された型式である。インクジェット発生機において、直径が75~125ミクロン程度の液体粒子の流れが発生し、荷電され、ついで所望の終点への粒子の流れ通路に沿う電界によつて単一の列で案内されて印刷文字を形成する。スイートの米国特許第3,596,275号では一連の粒子が機械的または電気的装置のいずれかによつて排出するインクジェットにおける離れた静電層によつて発生する。これらの粒子は荷電され一つずつ一對の偏向電極を通りそれにより発生機の下の移動する基層上に文字が現れる。

ザン、ヘニンゲンの米国特許第4,381,342号には、丁度上記に記載されたような、三つの縦に並んだインクジェット発生機を用いて感光染料をフィルム表面に沈着しかつ各異つた材料を重ねるないように制御してマトリックス上に置くことが記載されている。

小さい荷電粒子を発生する構造の設計は上記塗

いて、クローンの業績を研究して微細粒子を毛管から追出すため荷電金属板および抽出板（接地電極）を使用し、本発明方法の基本的構想を得た。マークスの米国特許第3,503,704号では荷電粒子をガス流内に加えて汚染を制御しかつ除去した。武蔵他による応用物理誌、Vol. 50、p. 3174 (1979)の論文には静電界によつて誘導された液体ジェットの分解が記載されている。フィットの米国特許第4,209,696号には、解析用の分子およびイオンを発生し質量スペクトルメータに使用するため唯一個の分子またはイオンを含む粒子を発生するための発生機が記載され、さらにツエレーの研究以来実施された公知の文献および静電噴霧方法の概念が記載されている。マホニーの米国特許第4,264,641号には、電気液圧噴霧を使用して真空中に熔融金属粉末の薄いフィルムを発生する方法が記載されている。コフィーの米国特許第4,356,528号および同第4,476,515号には園場の殺虫剤を噴霧する方法および装置が記載され、この塗布用に

最適の粒子の大きさが30～200ミクロンであることを示している。

〔発明が解決しようとする問題点〕

上記のように、従来技術には大気圧で10～5000 $\mu$ mの厚さの塗装をする静電塗装機が開示されていない。また、従来技術には多数の毛管針を有する広い静電噴霧ヘッドを備えた塗装機の使用も開示されていない。

〔問題点を解決するための手段および作用〕

本発明は、基層に大気圧下で数十から数千オングストロームまでの所望の厚さにそして工業上受け入れうる速さで正確かつ均一にコーティングを施す非接触的方法および装置を得るものである。本発明の方法はウエブ、円板および他の平坦面にコーティングするのに有用であるが、不規則な面もまたコーティングしうるものである。

本発明の静電噴射コーティングヘッドは、多数の液体マニホールドと連通しかつコーティングされるウエブの通路の横方向に二つ以上の錯綜した列に配置された多数の毛管針を備えている。導電性

抽出板は多数の孔を有し、それらの孔は孔と同軸に針をうけ入れるようになつている。抽出板および針は高電圧源に、両者の間にポテンシャルを発生するように、異なつた極性で接続されている。第2のポテンシャルが針と受電板との間に加えられる。

本発明のコーティング方法は基層上にモノマ、オリゴマおよび溶液を大気圧下で10～5000オングストロームの厚さに均一にコーティングするのに有用である。本発明の方法はもし必要ならばウエブを清掃すること、ウエブを荷電すること、ウエブを抽出板を通つて延びる少なくとも二列の毛管針の横方向に前進すること、コーティング材料を針を通して給送すること、針と抽出板との間に高圧電界を発生してウエブに噴射すること、およびウエブ上の過剰な噴射物を除去することを含んでいる。材料によつては、焼成工程が必要かもしれない。ウエブは第2の被覆をうけるかまたは再び巻きとられる。

〔実施例〕

以下、本発明を図面に基づいて詳細に説明する。

本発明は基層に薄いまたはきわめて薄い被覆を施す方法に関するものである。ここに使用する静電噴霧、ならびに水力式噴霧とは、静電噴霧型のものである。静電噴霧は材料のコーティングを制御するようにコーティングされる材料の荷電粒子を発生しかつそれに作用するため静電界を使用するものであるが、それは通常例えば部品の塗装におけるように材料の厚い被覆を施す際に使用される。本発明においては、静電噴霧とは多数の離れた毛管針からきわめて微細な粒子を噴霧しこれらの粒子を通常きわめて薄いコーティング厚さで、基層上に電界の作用により指向されることを意味している。

基層上の選択された材料の薄いフィルムおよびきわめて薄いフィルムはプライマ、低接着性パンクサイズ、レリーズコーティングおよび潤滑剤として有用である。多くの場合材料の値か数個の単一分子層が必要であり、本発明はそのような数から数千オングストロームの厚さのコーティングを

施すことが可能である。本発明の概念は材料の超微細な粒子噴霧の発生であり、その噴霧を基層に制御して塗布しそして基層の上に材料の均一な薄いフィルムのコーティングを得ることである。

全体的に符号10で示された、コーティングヘッドは二つの平行な列の多数の管または針11を備え、ヘッド10の下を移動する基層の上に材料の平らな、そして均一なコーティングを生ずる。27本のそのような針を利用して基層上に30.5 $\mu$ m幅のコーティングを生ずるコーティングヘッドが、第1図に図示してある。毛管針11はきわめて小さい寸法の孔を有しその中に毛管現象が起こるが、針は内径が十分大きくなければならずそこで通常の清浄な流体に対しては目詰まりは起こらない。抽出板の孔13はアークが板14と針11の間に発生しないように十分大きい。粒子の噴霧が発生するのに必要な所望の電界の強さを得るため十分に大きい。

静電噴霧される液体は供給管16から静電噴霧マニホールド15に供給され、供給管16はまた



(図示しない) 適当な液体ポンプに取付けられている。管16はT継手17に接続され、液体はマニホルド15の両側に向つて指向され、マニホルド15内の液体は毛管針11の列に対して分散される。300ミクロン( $\mu\text{m}$ )の内径(ID)と500ミクロン( $\mu\text{m}$ )の外径(OD)および2.5センチメートル(cm)の長さをもつた不銹鋼針が使用される。針11はイリノイ州、シカゴ市、SPCテクノロジー社の絶縁管である、ボルテックス・チュービング・サイズ24によつて被覆され、その中の先端の0.8mmの制限部が針におけるコーティング材料の集積を制限する。針11は金属板21に取付けられたシート20を有する。板21は導線24によつて高電圧供給源 $V_1$ に接続されている。抽出板14はアルミニウムまたは不銹鋼から作られ、セラミック製可調節スペーサ25を用いて高電圧板21から絶縁されており、スペーサ25は針を抽出板14の孔を通つて針を位置決めして毛管針11の先端を抽出板を超えて僅かに突出させている。抽出板14の底の平らな

から数mm離して設置され金属接地板31が基層30の背後に置かれる。基層30はまた通常毛管針の極性と反対の極性に荷電される。

コーティングヘッド10の単一の針11は第4図に示されている。針はそれぞれ粒子の超微細噴霧を形成するため使用される。毛管針11はコーティングされる材料をマニホルドから低流量で供給され、抽出板14の孔13に半径方向に対称に置かれる。毛管針11と抽出板14との間に加えられた電位 $V_2$ は両方の間に半径方向に対称な電界を発生する。液体はこの電界によつてまず電気的に負荷されて管針の端部で円錐34となり、ついで繊細なフィラメント35となる。このフィラメント35は通常毛管針の直径より大きさが1桁または2桁小さい。レーレージェットはこの繊細な液体フィラメントの破壊を生じ高度に荷電された超微細な粒子の微細な噴霧36を発生する。

これらの粒子はもし溶剤の蒸発が粒子から起こるならばさらに大きさが減少する。これが起こると粒子の電荷は或る点においてレーレー荷電限界

面および平らな端部は、ミネソタ州、セントポール市のミネソタ・マイニング・アンド・マニファクチュアリング社の製品である絶縁フィルム感圧テープの厚さ0.2mmのスコッチ・ブランド5481テープによつてカバーされる。テープは絶縁性でこの表面における静電吸着材料の堆積を防止する。さもなくば、この板の底部は他の絶縁材料によつて被覆することもある。抽出板14は厚さ1.6mmのもので、そこに穿孔された27個の内径1.9mmの孔13を有し中心から2.2mmのところに設けられている。これらの孔13は各毛管針11と同心の一つの孔と整合している。そのため、毛管針11と抽出板または電極14との間の電位差によつて発生した電界 $E_1$ (第4図参照)は半径方向に対称である。電界 $E_1$ は針11の毛管開口の先端における液体を電気的に負荷するため使用される主たる力の場であり、高電圧 $V_1$ によつてまたは針11の先端と抽出電極14との間の相対的距離を変化することにより調節することができる。コーティングされる基層10(第4図参照)は毛管針

を超え、粒子はいくつかの高度に荷電されたしかり安定な一層小さい粒子に分解すると考えられる。これらの各粒子はさらに蒸発をレーレー荷電限界にふたたび達するまで行いまた分解が再度起こる。いくつかの連続した分解を通して、直径が500Åの程度の溶質の粒子を発生することができる。

超微細粒子は制御することができた電界により接地面31上に位置する基層30の表面に衝突するように指向することができる。粒子の拡散は基層の面において起こり表面のコーティングが生ずる。第4図はまた静電噴霧法の電気回路を示す。第4図に示された極性は図示の電池から普通に使用されるが、しかしながら、これらの極性は逆にすることができる。図示のように、正の極性が毛管針11に与えられる。負の極性は抽出板14に接続される。

電圧 $V_1$ は針11と抽出板14の間に高電圧供給源によつて発生し、毛管針先端と抽出板との間に、所望の電界 $E_1$ を発生するように調節される。この電界 $E_1$ は毛管針および抽出板の形状に従う。

発生される噴霧36は液体および電界 $E_1$ と関連した溶液の電気的特性に従う。 $E_1$ したがって噴霧の微妙な調節は、抽出板14の平面に対する毛管針先端位置を調節することによりまたは電圧 $V_1$ を変化することによつて得られる。針11の毛管先端は抽出板先端のいずれかの側から約2cm以内に設けることができるけれども、好ましい位置は抽出板14を通つて延びる針に対して0.5cmから1.5cmである。この電界 $E_1$ を得るための電圧はここに記載された形状に対して直流3KVから10KVの範囲にあり、かつ通常4KVと8KVとの間にある。一定の大きさの粒子の発生を安定化するように変調された周波数を生ずるため、針と抽出板の間の回路に交流を加えることもできる。

コーティングされる基層は下記に記載されるように荷電され、電圧 $V_2$ を生じ、その大きさは基層30の単位面積当たりの電荷、表面の厚さおよびその誘電定数の関数である。コーティングされる表面30が導電性でありかつ接地電位にあれば、電圧 $V_2$ はゼロである。絶縁されたキャリアウエ

発生を制御する主要な電界である。電界 $E_2$ は粒子を基層に指向するのに使用され、そこでそれらは電荷を失い拡散して所望のコーティングを形成する。粒子が互いに排斥し易いため、針の第1列のコーティングを通る細い通路が現れ、ウェプの通路に対する針の第2の列における針の錯綜した位置は第1列の針によつて残された通路をコーティングする。

コーティング方法が略図的に示された第3図において、処理される基層30のロール40は必要に応じてコロナ処理器41を通され電気放電が表面30を予備的に清掃する。コロナ処理器41はまた付勢されるか清掃された面の分子を付勢する。このことは基層の表面エネルギーを上昇し面に沈着した粒子の凝結および拡散を促進する。他の清掃方法または新鮮な表面を使用することも、勿論、予備清掃の精神の範囲内にある。

もし基層が非導電性であるならば、噴霧粒子とは極性が反対の、電荷が、例えばコロナワイヤ43によるようにして、基層上加えられる。勿

く上に置かれた金属円板のような別の導電性の基層は荷電され、電圧 $V_2$ となるであろう。針11の毛管先端と基層30との間に発生した電界 $E_2$ は、 $V_1$ および $V_2$ ならびに毛管先端と基層との距離の関数である。すべての噴霧粒子を確実に基層上に送るため、電位 $V_2$ が電位 $V_1$ と決して同じ極性とならないことが必要である。コーティングはこれらの極性が同じであるとき可能であるけれども、コーティング厚さはある粒子が基層から排除されるため確実なものとすることができずしたがって工程の制御ができなくなる。毛管先端と基層との距離は経験的に決定される。もしその距離があまりにも小さいならば、噴霧は適切に膨脹することはなく、またもし距離があまりにも大きければ電界 $E_2$ は弱くかつ制御は基層に粒子を指向することができない。ここに記載する形状に対する通常の距離は5cmと15cmとの間にある。抽出板に垂直に設けられ基層の運動方向に延びる板は基層に対する粒子の案内を助ける。

静電噴霧法において、電界 $E_1$ は微細な噴霧の

論、イオンビーム、イオン化された強制空気流等を含む他の方法もまた荷電工程において使用することができる。基層に加えられた電荷の大きさは静電電圧計45または他の適当な手段を用いて観察される。

電氣的に噴霧される液体は第1図に示すように静電噴霧ヘッド10において一群の毛管針11を通り予定の流量で供給される。電界 $E_2$ は静電噴霧36の微細な粒子を基層30の面に落下させ、そこで粒子が基層に接触して拡散するとき電荷の中和が起る。もし基層が非導電性であるならば電荷の中和は表面30上の全電荷を減少し、この減少は静電電圧計47によつて計測される。正確なコーティングのため、電圧計47で計測された電圧は電圧計45で計測された電圧と同じ極性でなければならない。このことで合理的に強い電界が基層で終わり、しかして高度のプロセス制御を達成することが確実になる。

もつとも多くの場合、基層上の電荷はコーティング後に中和されるのが有利である。この中和工

程はコーティング技術で公知の方法によつて実施することができる。通常の中和ヘッド48は、ミネソタ州、セントポール市、ミネソタ・マイニング・アンド・マニファクチュアリング社から発売の、エレクトリカル・スタテック・エリミネータ、モデル・641-R8E3M<sup>TM</sup>である。コーティング材料は当該コーティング材料に適した方法で焼成され、そのような焼成装置は49で示されかつコーティングされた基層はロール50に再度巻取られる。通常焼成装置はUマランプ、電子ビームまたは加熱器とすることができる。

第5図に示されたコーティングヘッドの第2実施例は、不銹鋼板60に固定されタンク15に連通する毛管針11の二つの縦方向列を備えている。タンクは板60とコーティング材料を供給するポンプから通ずる供給導管16に連通する開口を有する第2の板62との間に設けられたガスケット61によつて構成されている。

針11は抽出板14の開口13を通つて延びている。プラスチック材料のシート64が抽出板

14の平坦上面の上に設けられ、針11をうけ入れるため開口65を備えている。第2のシート66が板14の反対側の面の側に設けられ平坦な端部をカバーしている。シート66は対向軸孔68を形成されて各孔13と整合し、抽出板14と針11との間に発生した静電気力によつて抽出板14に向う粒子のいかなる運動をも制限する。抽出板14およびシート64、66は絶縁スペーサ79および71によつてカバーされている。板72はヘッドを支持し絶縁支柱73により被覆ヘッドに接合されている。

静電噴射される溶液は処理を促進するためある物理的特性をもたなければならない。電気伝導度は $10^{-7}$ と $10^{-5}$ シーメンス/mの間になければならない。もし電気伝導度が $10^{-5}$ シーメンス/mより相当大きければ、静電噴霧中の液体流量は実際の値としては小さくなりすぎる。もし電気伝導度が $10^{-7}$ シーメンス/mより小さいと、液体流量大きくなりすぎ厚いフィルムがコーティングされる。

静電噴霧される液体の表面張力は(大気圧の空気中にあるとき)約65ミリニュートン/m以下好ましくは50ミリニュートン/mとすべきである。もし表面張力が高すぎるならばコロナが毛管先端の空気の周りに生ずる。これは静電噴霧の制御を不可能にして電気放電を発生する。空気以外のガスの利用は、ガスの破壊強さに従つて最大許容表面張力は変化する。同様に、大気圧からの圧力変化および基層への途中における粒子の反作用防止のための不活性ガスの使用も可能である。これは静電噴霧発生器を室内に置くことにより実施され、焼成ステーションもまたこの室内に置くことができる。反応性ガスは液体フィラメントまたは粒子に対する所要の反応を生ずるため使用しうる。

液体の粘性は数千センチポイズ以下、好ましくは数百センチポイズ以下にすべきである。もし粘性が高すぎると、フィラメント35は均一な粒子に分散しない。

本発明の静電噴霧方法は従来技術より多くの利

点を有する。少ない溶剤を使用しまたは溶剤を使用せずにコーティングを実施することができるため、大型乾燥オーブンおよびその費用は必要なく、汚染および環境問題は少ない。実際本発明において、粒子はきわめて小さくもし全部でないにしても大部分の存在する溶剤が粒子基層に衝突する前に蒸発する程である。この溶剤の少ない使用は、コーティングが迅速に乾燥し単一の処理のラインにおいて多層のコーティングが得られることを意味している。多孔性基層は、反対側に貫通する溶剤が殆どまたはまったくないため、一側だけを有利にコーティングすることができる。

これはよい均一厚さ制御をもつた非接触プロセスであつていかなる導電性または非導電性基層も使用することができる。プロセスが室温で実施されるため感温材料に対する問題は存在しない。勿論、もし高いまたは低い温度を要するならば、プロセスの状態は所要のコーティングを達成するため変化することができる。このプロセスは低粘性液体をコーティングすることができ、そこでモノ



マまたはオリゴマはコーティングされついで基層上の所定位置でポリマ化することができる。プロセスはまた基層上にコーティング材料のパターンを残してマスクを通してコーティングすることができる。同様に、基層はパターンを変えることができ静電噴霧は荷電区域を優先的にコーティングすることができる。

下記の例は種々の材料を数十オングストロームから数千オングストロームの間の範囲の厚さにコーティングする本発明静電噴霧方法の利用を示すものである。

#### 例 1

この例は、プライマの極めて薄い厚さのコーティングを沈着するプロセスを示す。コーティングされる溶液はマサチューセッツ州、01887、ウilmington市、ポリビニール・ケミカル・インダストリー社から発売のクロスリンカC X-100多機能アジリデイン・クロスリンカ80 ml と、20 ml の水とを混合することにより得られる。この材料はマサチューセッツ州、ケンブリ

3.8	104	50
3.8	89	43
3.4	85	41
3.4	73	35

コーティング厚さは第1の理論から計算された。これらの厚さは測定するのに小さすぎるが、焼成後、ウェブの横方向および下方向の両方向における標準的テープピールテストによりピール力が増加し、プライマ材料が存在することが証明された。

#### 例 2

この例の目的は、低接着性バックサイズ(LAB)を使用する接着性製品のレリーズ・ライナの生産を示すことである。パーフルオロポリエーテル・ジアクリレート(PPE-DA)の第1混合物は米国特許第3,810,874号に記載に従って準備される。コーティング溶剤は、デラウェア州、ウilmington市、イー・アイ・デュポン・デ・ネムール社発売のPPE-DA、7.5 ml、フレオン® 113、70 ml、21 ml のイソプロピルアルコールおよび1.5 ml の蒸留水とを混合すること

ンジ市、セージ、インスツルメント社から発売の、セージモデル355シリンジーポンプを利用する僅か21本の毛管針を有するコーティングヘッドに導入された。3.4~3.8 kvdcの高電圧が毛管針11と抽出板14との間に加えられた。

幅25.4 cmで厚さ0.2 mmのポリエチレンテレフタレート(PET)のフィルムが輸送機構に導入された。接地電位に保持された静電噴霧抽出板は、フィルム面からはば6 cm離された。毛管先端と抽出板との距離は1.2 cmであつた。

フィルムはコロナ放電装置により約-4.6 kvの電位に荷電された。ウェブ速度は約23 m/分に一定に維持され、オリフィス当りの容積流量および噴射ヘッドの高電圧ポテンシャルは下記のように最終プライマコーティングを与えるように変化された:

ヘッド電位 (V <sub>1</sub> ) +(kv)	オリフィス当り 容積流量 (μl/hr)	コーティ ング厚さ (Å)
-------------------------------------	----------------------------	---------------------

よつて準備された。この材料はセージモデル355、シリンジーポンプを利用して27本の毛管針を有するコーティングヘッドに導入され、材料の一定流量を得た。-5.9 Kvdcの高電圧が、毛管針と抽出板との間に加えられた。

コロナで予め清掃した幅30.5 cm、厚さ0.07 mmのPETのフィルムが輸送機構に導入された。接地電圧に保持された静電噴霧抽出板はフィルム面からはば6 cm離された。抽出板に対する毛管先端の距離は0.8 cmであつた。

フィルムはコロナ放電器の下を通り、表面はほぼ+5 Vに荷電された。ウェブ輸送速度は12.2 m/分に一定に維持され、オリフィス当り容積流量は最終LAB非焼成厚さに従って変化された。

オリフィス当り 容積流量 (μl/hr)	コーティ ング厚さ (Å)
2200	200
4400	400
6600	600
8800	800



11000

1000

コーティング厚さは第1理論から計算されついで、ジョン・ウイリ・アンド・サンズ社から1979年発行の、コーティング反応解析ハンドブックの記載と同様のステル交換解析により10%以内にあることが確認された。

## 例 3

この例は潤滑剤をフィルム上にコーティングする静電プロセスの使用を示す。ヘキサデシルステアレートとオレイン酸の重量比3対1の混合物より成る第1の混合物が準備された。コーティング溶液は上記溶液の65 mlとアセトン34 mlと水1 mlとの混合物より成る。この材料はセージ<sup>TM</sup>モデル355、シリンジーポンプを利用する27本の毛管針に導入された。-9.5 kvdcの高電圧が毛管針と接地抽出板との間に加えられた。

後に磁気フロッピーディスクに使用される材料の帯板は、幅30 cm、厚さ0.07 mmでPETで輸送ウェブ上にテープ状にされた。抽出板はフィルム面から約10 cm離された。毛管先端から抽出板ま

リーズ社から発売の、クロスリンカーCX<sup>TM</sup>の70容積%とイソプロピルアルコールの30容積%の混合物として準備された。この溶液は、カリフォルニア州、コンコード市、マイクロポンプコーポレーション社から発売のマイクロポンプ<sup>®</sup>を利用して62本の毛管針ヘッドに導入された。

+9 kvdcの電圧が毛管針と抽出板との間に加えられた。抽出板は、前記スコッチ・ブランド5481、フィルム・テープの0.2 mmの層の代わりに、ニューヨーク州、スケネクタディ市、ゼネラル・エレクトリック社発売のレクサンプラスチックの厚さ0.95 mmの層によつてカバーされた。

幅96.5 cm、厚さ0.11 mmのPETフィルムが輸送機構に導入された。接地電位に保持された静電抽出板はフィルム表面からほぼ6.8 cm離された。抽出板までの毛管先端の距離は1.1 cmであつた。

フィルムはコロナ放電器の下を通過してほぼ-1.0 kvに荷電された。

フィルム速度は98.5 m/分の一定速度に維持され、溶液流量はオリフィス当たり1300  $\mu$ l

での距離は1.2 cmであつた。

帯板の表面はコロナ放電器によつてほぼ+0.9 kvに荷電された。ウェブの輸送速度およびオリフィス当りの容積流量は最終的潤滑剤コーティング厚さに従つて下記のように変更された：

ウェブ速度 (m/分)	オリフィス当り 容積流量 ( $\mu$ l/時)	コーティ ング厚さ ( $\text{\AA}$ )
16.7	1747	1000
12.2	2541	2000
12.2	3811	3000
10.1	3811	3650

コーティング厚さは第1理論から計算された標準溶媒抽出技術によつて15%内で変化された。

## 例 4

この例は工業的設定においてフィルム上にプライマの極めて薄いコーティングを沈着する静電コーティング方法の使用を示す。コーティングされる溶液は、ポリビニール・ケミカル・インダスト

リ/時に保持された。プライマの計算されたコーティング厚さは100  $\text{\AA}$ であつた。

## 〔発明の効果〕

本発明は、多数の液体マニホールドと連通しかつコーティングされるウェブの通路の横方向に二つ以上の錯綜した列に配置された毛管針を、抽出板の孔に同心に設け、毛管針と抽出板との間にポテンシャルを加えることにより、ウェブに対して大気圧下で、数十から数千オングストロームの間の所望の厚さのコーティングを均一にしかも工業上受け入れうる速さで正確かつ均一にコーティングすることができた。

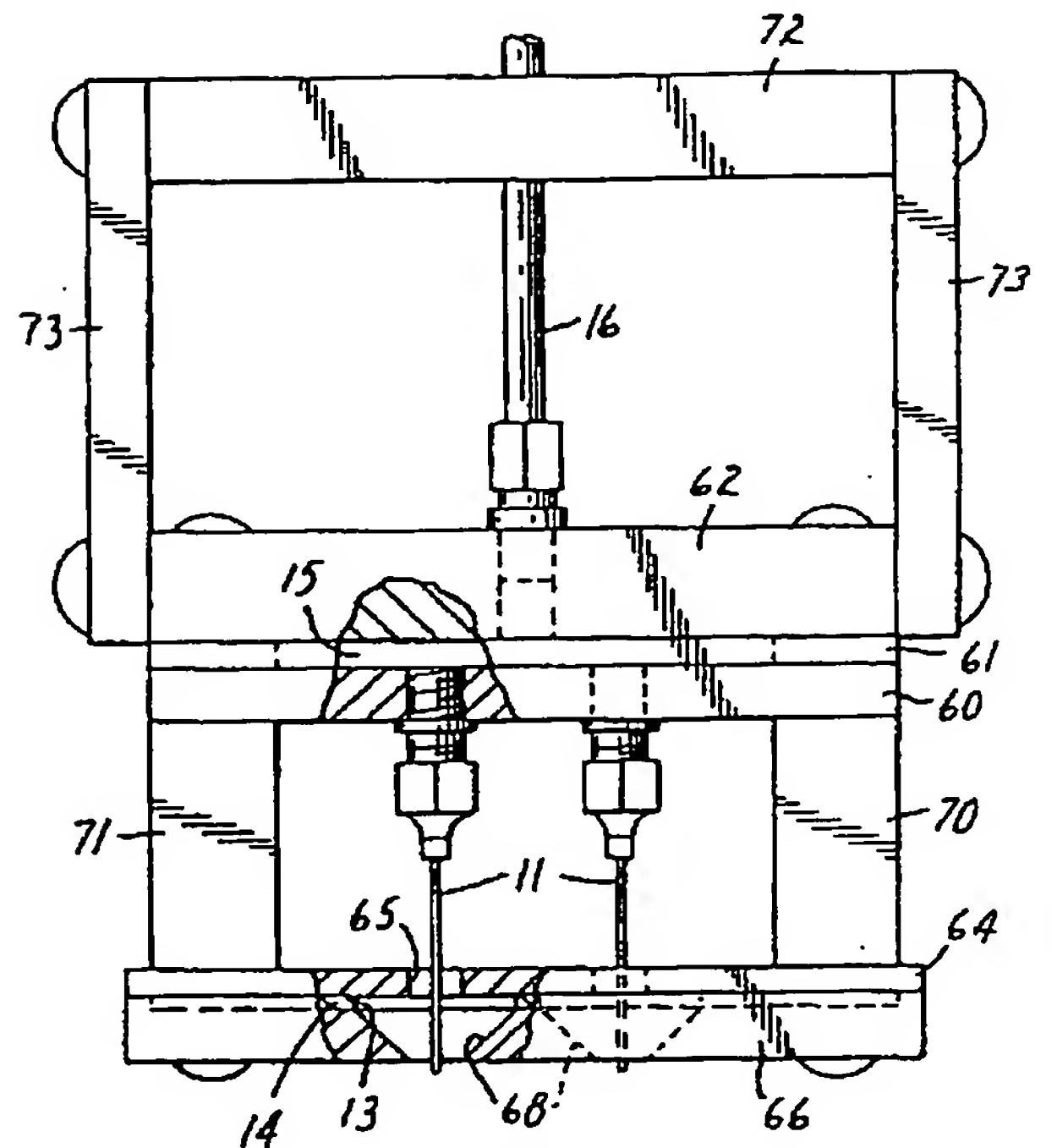
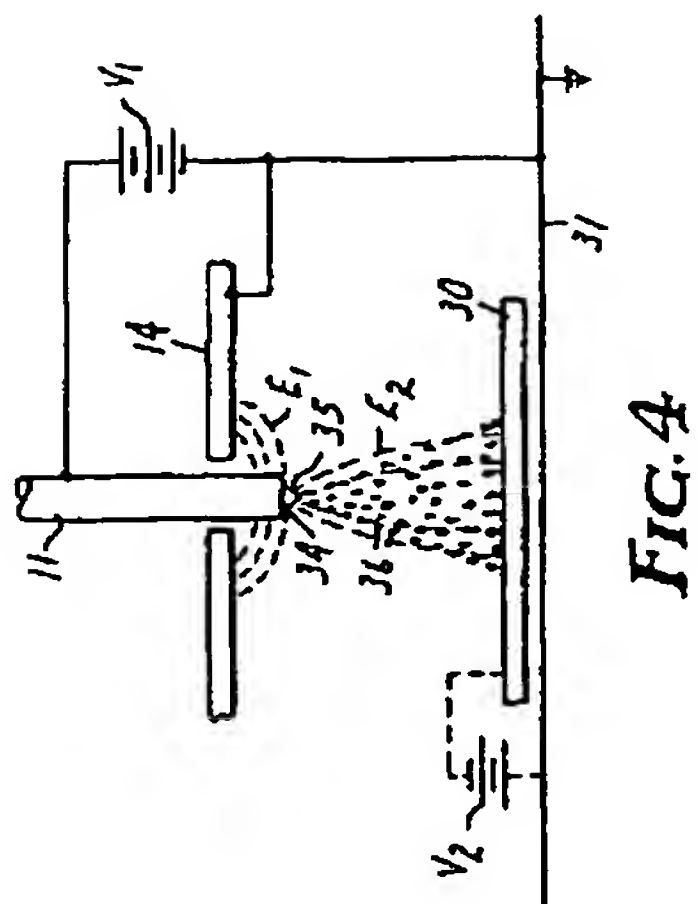
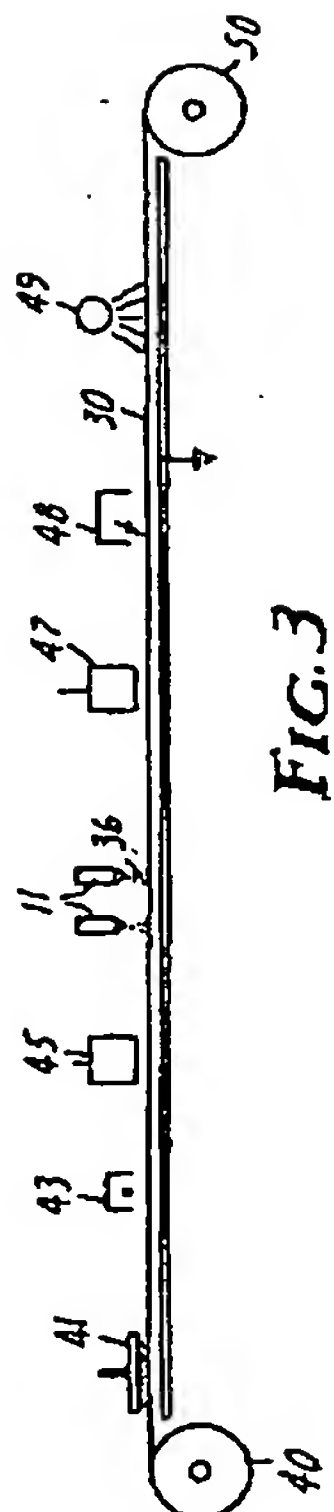
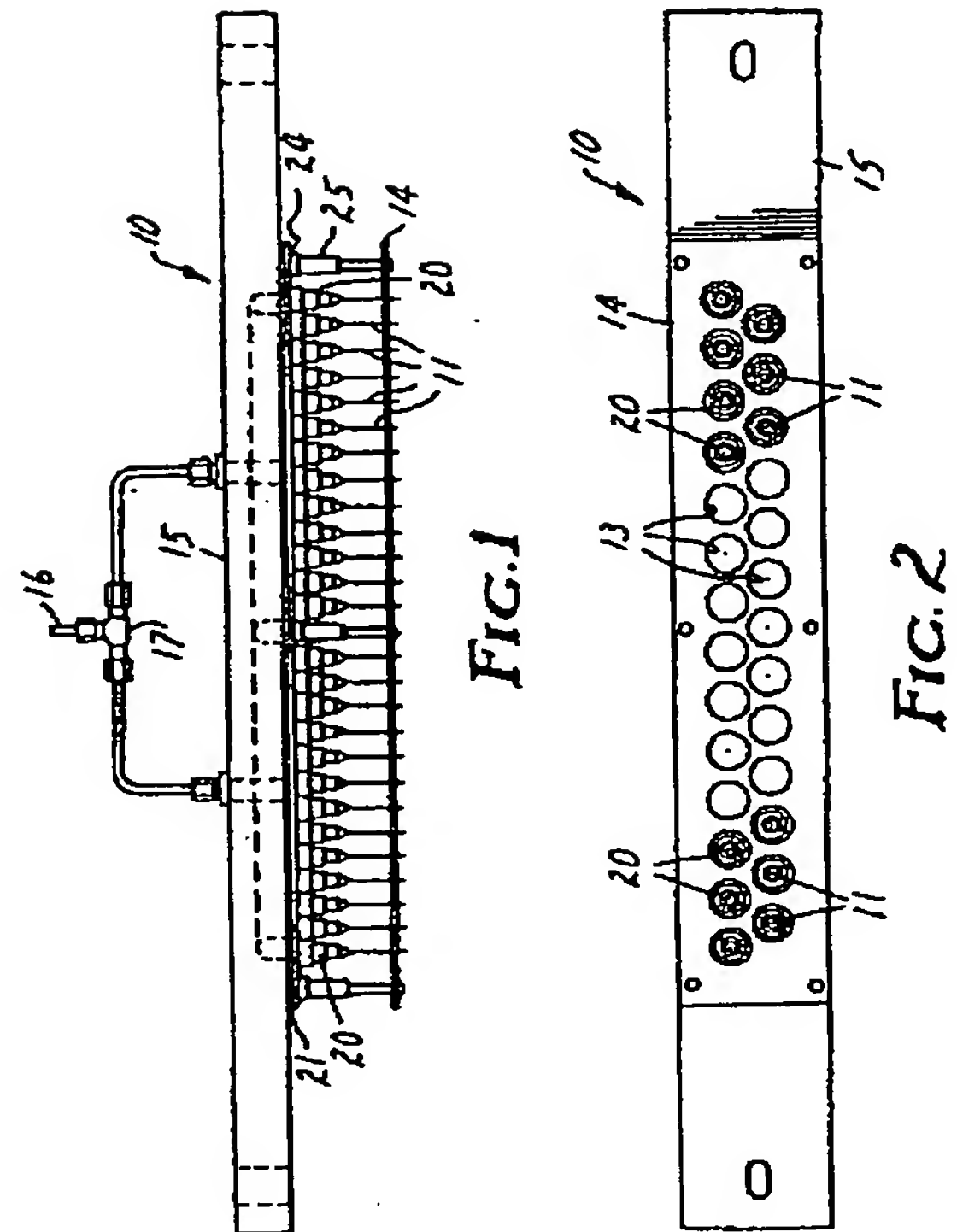
## 4. 図面の詳細な説明

第1図は本発明の処理およびコーティングヘッドの実施例を示す正面図。第2図は処理およびコーティングヘッドの底面図。第3図は本発明によつて構成されたヘッドを利用する連続プロセスの基本工程を示す線図。第4図は本発明の電気回路および粒子の超微細噴霧を生ずるのに利用される処理針の線図。第5図は本発明によるコーティン

ヘッドの第 2 実施例の垂直部分断面図。

10 ... コーティングヘッド、11 ... 毛管針、  
13 ... 円形孔、14 ... 抽出板、15 ... マニホルド  
装置、16 ... 供給管、21 ... 金属板、30 ... 基層。

代理人 浅 村 皓



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☒ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**